

PCT

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)
[PCT36条及びPCT規則70]

REC'D 28 DEC 2001

PCT

出願人又は代理人 の書類記号 MJF-3516PCT	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知（様式PCT/ IPEA/416）を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/06507	国際出願日 (日.月.年) 22.09.00	優先日 (日.月.年) 22.09.99
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. 7 C01B33/18 D21H19/40 B01J20/10 B41M5/00		
出願人 (氏名又は名称) 日本アエロジル株式会社		

- 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条 (PCT36条) の規定に従い送付する。
- この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 4 ページからなる。
☒ この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面も添付されている。
(PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照)
この附属書類は、全部で 4 ページである。
- この国際予備審査報告は、次の内容を含む。
I ☒ 国際予備審査報告の基礎
II ☐ 優先権
III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
IV ☐ 発明の単一性の欠如
V ☒ PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
VI ☐ ある種の引用文献
VII ☒ 国際出願の不備
VIII ☐ 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 20.04.01	国際予備審査報告を作成した日 07.12.01	
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 高崎 久子 電話番号 03-3581-1101 内線 3416	4G 9830

1. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に
応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。
PCT規則70.16, 70.17)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書 第 1-8, 10-19 ページ、 出願時に提出されたもの
明細書 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書 第 9, 9/1 ページ、 22.11.01 付の書簡と共に提出されたもの

☒ 請求の範囲 第 10 項、 出願時に提出されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの
請求の範囲 第 _____ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
請求の範囲 第 1, 4-6, 9, 11, 12 項、 22.11.01 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 図面 第 _____ ページ/図、 出願時に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
図面 第 _____ ページ/図、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

☐ 明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 出願時に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの
明細書の配列表の部分 第 _____ ページ、 _____ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である _____ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

☐ 明細書 第 _____ ページ
☒ 請求の範囲 第 2, 3, 7, 8 項
☐ 図面 図面の第 _____ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	1, 4-6, 9-12	有
	請求の範囲		無
進歩性 (IS)	請求の範囲		有
	請求の範囲	1, 4-6, 9-12	無
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1, 4-6, 9-12	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

文献1: JP 62-178384 A (キャノン株式会社) 5.8月.1987
 文献2: JP 60-224580 A (三菱製紙株式会社) 8.11月.1985
 文献3: JP 58-185405 A (日本アエロジル株式会社) 29.10月.1983

請求の範囲1、4-6、9-12について

請求の範囲1、4-6、9-12に記載された発明は、国際調査報告で引用された文献1-3により進歩性を有しない。

文献1、2には、各々、比表面積が $100 \sim 700 \text{ g/m}^2$ のシリカ粒子、又は比表面積が $80 \sim 800 \text{ g/m}^2$ のシリカ粒子を、本願発明の処理剤と同じ処理剤で処理したシリカ粒子、および、そのシリカ粒子をインクジェット用紙において使用することが記載されている。そして、文献1、2には、気相法シリカを用いてもよいこと、処理を気相法にて行ってもよいことが記載されており、文献3には、シリカ粒子を気相法にて、本願発明と同じ処理剤を本願発明と同様使用して処理を行うことが記載されている。文献1、2には、気相法シリカを用いること、処理剤を 10 mmol/l シリカ 100 g とすることとの限定はないが、インクジェット用紙に適したシリカを作るべく、文献1、2記載の条件の中で最適条件を選択することは、当業者が通常行うことである。

してみると、文献1、2記載の発明において、気相法シリカを用い、処理剤の量を選択し、文献3記載の発明の、気相法で処理する方法を適用して本願発明と同様の処理のされたシリカ粒子を作ること、その粒子をインクジェット用紙において使用することは、当業者であれば、容易に想到し得たことである。

VII. 国際出願の不備

この国際出願の形式又は内容について、次の不備を発見した。

請求項 5 に「請求項 1、2 または 3 の何れかに記載する」との記載があるが、請求項 2、3 は削除されている。

請求項 6 に「請求項 3 の」との記載があるが、請求項 3 は削除されている。

請求項 6 に「 $(R1)_n \cdot (R2) Si Y_{(3-1)}$ 」との記載があるが明細書の内容からして「 $(R1)_n \cdot (R2) Si Y_{(3-n)}$ 」の誤記ではないかと思われる。

請求項 9 に「請求項 1～4 の何れかに記載する」との記載があるが、請求項 2、3 は削除されている。

請求項 11 に「請求項 1～5 の何れかに記載する」との記載があるが、請求項 2、3 は削除されている。

請求項 11 に「請求項 7 の」との記載があるが、請求項 7 は削除されている。

請求の範囲

- (1) (補正後) 気相法によって製造した比表面積 $50 \sim 400 \text{ m}^2/\text{g}$ のシリカ微粉末であって、シリカ微粉末 100 g に対してアミノ基含有処理剤 10 mmol
- 5 以上を用い、窒素雰囲気下の乾式下で上記アミノ基含有処理剤をシリカ微粉末に添加し、加熱攪拌して表面改質することによって、スルホン酸塩またはカルボン酸塩のアニオン源化合物の吸着量を表面処理前の 150% 以上にしたことを特徴とする表面改質シリカ微粉末。
- (2) (削除)
- 10 (3) (削除)
- (4) (補正後) 表面処理後の窒素量が $0.3 \sim 1.0\%$ 、ベンゼンスルホン酸ナトリウムの吸着量が $15 \sim 60\%$ である請求項 1 の表面改質シリカ微粉末。
- (5) (補正後) ケイ素原子に結合した加水分解性基ないしシラノール基と 1
- 15 個以上のアミノ基とを有する有機ケイ素化合物からなるアミノ基含有処理剤によって表面処理した請求項 1、2 または 3 の何れかに記載する表面改質シリカ微粉末。
- (6) (補正後) アミノ基含有処理剤として、 $(\text{R}1)_n \cdot (\text{R}2) \text{SiY}_{(3-n)}$ (式中、 $\text{R}1$ は一価炭化水素基、 $\text{R}2$ はアミノ基を 1 個以上有する炭化水素基、 Y は加水分解性基もしくは水酸基、 n は $0, 1$ または 2) の一般式 [1] で示されるオル
- 20 ガノシランの 1 種または 2 種以上を用いて表面処理した請求項 3 の表面改質シリカ微粉末。
- (7) (削除)
- (8) (削除)

(9) (補正後) 印刷材の親水性インク受容層材料として用いられる請求項1
～4の何れかに記載する表面改質シリカ微粉末。

- (10) アニオン源化合物の吸着量が表面処理前の吸着量の150%以上、BET
5 T比表面積200～400m²/g、窒素含有量0.3～1.0%の請求項1のシリ
カ微粉末からなるシリカスラリーであって、pH3～6、および15～30%の
シリカ濃度下で、1～50mPa・sの粘性を有する低粘性シリカスラリー。

(11) (補正後) 請求項1～5の何れかに記載する表面改質シリカ微粉末5
～30%を含有したことを特徴とするインク受容層形成材料。

- 10 (12) (補正後) 請求項7のインク受容層形成材料からなる液を塗布したこ
とを特徴とするインクジェット用印刷材。

等を用いることができる。これらの処理剤は1種または2種以上を用いても良い。2種以上用いることにより、異なった反応性を有するアミノ基を表面に導入することができる。反応性の異なるアミノ基を導入することで、1種類のアミノ基含有表面処理剤で処理した場合よりも反応性に幅が広がり、より多くの種類のアニオン源化合物に対応することができる。

表面処理剤の使用量はシリカ微粉末100gに対して10mmol (10mmol/100g) 以上、好ましくは30mmol (30mmol/100g) 以上が適当である。処理剤の使用量がこれより少ないと十分な表面改質効果が得られない。なお、このアミノ基含有シラン化合物のアミノ基と反応するシラノールはシリカ表面の単位面積当たりの個数がほぼ一定であり、また被覆されるアルキル基の立体障害のために導入されるアミノ基量は限られる。因みに、表面改質後の窒素量はシリカの比表面積が大きくても概ね1%程度である。

表面処理は乾式で行うのが好ましい。従来、水中でシリカを分散させながらアミノシランを滴下して表面処理する湿式法が知られているが（色材協会誌55 [9] 630-636頁、1986年）、このような湿式処理では、気相法で製造したシリカを用いた場合、増粘性が極めて高いためにシリカを水中に高濃度で分散させることができず、均一に表面処理できない場合がある。また、湿式処理では表面処理後に乾燥する必要があるので処理工程が煩雑である。さらに、乾燥の際にシリカ粒子間で毛細管圧による凝集が起こり易く、解砕等を必要とする場合があり経済的ではない。なお、乾式処理でも疎水化剤を使用する処理方法では、表面処理されたシリカは疎水性を示すために水中に分散できず、水系材料からなるインク受容層には適さない。また、乾式処理は実施例に示すように、窒素雰囲気下で加熱攪拌して行うのが好ましい。

本発明の表面改質シリカ微粉末は表面にアミノ基が結合しているので、BET比表面積が200～400m²/gのものには概ね0.3～1.0%の窒素を含有し、水性スラリーとしたときに低粘性スラリーとなる。例えば、pH

3～6 およびシリカ濃度 15～30%において、粘度 50mPa・S以下、好ま